

## ریزپوشانی ترکیبات زیست فعال عصاره آبی برگ زیتون در ماتریس ساکارز به روش هم تبلوری: بررسی ویژگی های ساختاری و پایداری

مهديه اکبری<sup>۱</sup>، علیرضا صادقی ماهونک<sup>۲\*</sup>، محمد قربانی<sup>۳</sup>، مهدی کاشانی نژاد<sup>۴</sup>، خشایار سرابندی<sup>۵</sup>

- ۱- دانشجوی کارشناسی ارشد، گروه علوم و صنایع غذایی، دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی گرگان، ایران  
 ۲- دانشیار، گروه علوم و صنایع غذایی، دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی گرگان، ایران  
 \* نویسنده مسئول (sadeghiaz@yahoo.com)  
 ۳- دانشیار، گروه علوم و صنایع غذایی، دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی گرگان، ایران  
 ۴- استاد، گروه علوم و صنایع غذایی، دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی گرگان، ایران  
 ۵- دانشجوی دکتری، گروه علوم و صنایع غذایی، دانشگاه علوم کشاورزی و منابع طبیعی گرگان، ایران

تاریخ دریافت: ۱۳۹۵/۰۳/۲۶

تاریخ پذیرش: ۱۳۹۵/۱۲/۰۸

### واژه های کلیدی

پودر هم متبلور  
 ترکیبات فنولی  
 خواص حرارتی  
 فعالیت آنتی اکسیدانی  
 مورفولوژی

### چکیده

برگ زیتون یکی از غنی ترین منابع ترکیبات فنولی با خاصیت آنتی اکسیدانی می باشد. استفاده از این ترکیبات در مواد غذایی و دارویی همواره با چالش حفاظت از آنها در طول زمان نگهداری و فراوری همراه است. در این پژوهش ترکیبات زیست فعال عصاره آبی برگ زیتون طی فرایند هم تبلوری در ماتریس ساکارز، ریزپوشانی شد. خصوصیات پودر هم متبلور از قبیل مورفولوژی پودر، خصوصیات حرارتی، ساختار شیمیایی و نیز قابلیت حفظ ترکیبات فنولی و خاصیت آنتی اکسیدانی فراورده طی ۴ ماه نگهداری در شرایط محیطی مختلف (نور، رطوبت و دما) ارزیابی شد. نتایج خصوصیات حرارتی برای همه نمونه ها یک پیک اصلی در محدوده دمایی ۱۹۰ درجه سانتی گراد مشابه نقطه ذوب ساکارز را از خود نشان داد. بررسی نمودارهای FT-IR برای همه نمونه ها پیوندهای شیمیایی مختص به مولکول ساکارز را نشان داد. پس از اتمام دوره نگهداری، بیشترین قابلیت حفظ ترکیبات فنولی در حدود ۹۲ درصد و خاصیت آنتی اکسیدانی در حدود ۷۷/۳۵ درصد برای فراورده هم متبلور حاوی عصاره ۱۰ درصد نگهداری شده در شرایط تاریکی مشاهده شد. کاهش معنی دار ( $P < 0.05$ ) در محتوای فنولی و نیز خاصیت آنتی اکسیدانی برای پودرهای نگهداری شده در شرایط نور مصنوعی و رطوبت ۷۵ درصد در مقایسه با تاریکی و دمای ۴ درجه سانتی گراد مشاهده شد.

### مقدمه

در طول قرن ها به عنوان یک منبع آنتی اکسیدانی طبیعی بسیار مورد توجه قرار گرفته است. علاوه بر میوه و روغن به دست آمده از آن، برگ های درخت نیز حاوی ترکیبات زیست فعال بسیاری می باشد (Boskou *et al.*, 2005). برگ زیتون از فراورده های جانبی است که به مقادیر زیاد در صنایع روغن زیتون یافت می شود. در سال های اخیر طرح های پیشنهادی مختلفی جهت ارزیابی و بهره برداری از محصولات جانبی کشاورزی

درخت زیتون متعلق به خانواده اوله آسه<sup>۱</sup> و بومی کشورهای مدیترانه ای است که کشت آن در دوده گذشته در سراسر جهان، به دلیل اثرات سلامتی بخش مصرف روغن زیتون گسترش یافته است (Peralbo-Molina & de Castro, 2013). این درخت

<sup>1</sup> Oleaceae

می‌گردد (Chen, 1994). فرایند هم‌تبلوری شامل تغلیظ شربت ساکارز از طریق تبخیر در دماهای بالا به‌منظور دستیابی به تبلور خودبه‌خودی ساکارز می‌باشد (Bhandari *et al.*, 1998; Chen *et al.*, 1988). در این مرحله سرعت شکل‌گیری بلورها به قدری بالاست که هسته خودبه‌خود شکل می‌گیرد (Beristain *et al.*, 1994). گرمای نهان تبلور طی این فرایند برای تبخیر رطوبت، به اندازه کافی بالا می‌باشد در نتیجه می‌توان به یک فرآورده نهایی خشک دست یافت (Chen *et al.*, 1988). این فرایند باعث تغییر ساختار منظم و کامل بلورهای ساکارز به آگلومره‌های نامنظم می‌گردد. نتیجه این امر شکل‌گیری یک ماتریس متخلخل می‌باشد که قادر است ترکیب فعال ثانویه را در خود جای دهد. این ذرات اسفنج مانند دارای فضاهای خالی متعدد هستند که در نتیجه آن ناحیه سطحی افزایش می‌یابد. این فرایند قابلیت حلالیت ساکارز، پخش‌شوندگی، جریان‌پذیری و نیز پایداری ماتریس غذایی را افزایش می‌دهد (Bhandari *et al.*, 1998; López-Córdoba *et al.*, 2014). لازم به ذکر است که یکی از اهداف فرایند ریزپوشانی با این روش افزایش حلالیت پودر می‌باشد. محصولات به‌دست‌آمده طی این فرایند می‌توانند به‌عنوان مواد اولیه بر پایه شکر برای پوشاندن طعم تلخ بسیاری از ترکیبات فعال مورد استفاده قرار گیرند. علاوه بر این، محصول نهایی با دارا بودن خصوصیات قرص‌شوندگی به‌صورت مستقیم، دارای مزایای قابل توجهی برای صنایع آبنبات و داروسازی می‌باشد (Chen *et al.*, 1993; Awad & Chen, 1988). با توجه به مزایای پودرها نسبت به فرم مایع مانند پایداری بالا، قابلیت حفظ ترکیبات طی زمان نگهداری، حمل‌ونقل و بسته‌بندی و سهولت استفاده در فرمولاسیون‌ها، هدف از این تحقیق به‌دام‌انداختن پلی‌فنول‌های عصاره آبی برگ زیتون در ماتریس ساکارز و بررسی مورفولوژی و ساختار فرآورده هم‌تبلور و نیز ارزیابی پایداری ترکیبات فنولی و فعالیت آنتی‌اکسیدانی پودر در طول دوره نگهداری می‌باشد.

ارائه شده است (Dimitrios, 2006). در بسیاری از موارد، محصولات جانبی می‌توانند ترکیبات زیست‌فعال بیشتری در مقایسه با فرآورده نهایی تولید کنند (Ayala-Zavala *et al.*, 2011). برگ زیتون به‌عنوان یک منبع غنی از آنتی‌اکسیدان‌ها می‌تواند به‌طور گسترده در غذاها و مکمل‌های غذایی مورد استفاده قرار گیرد. امروزه نیز مزایای سلامتی‌بخش آن به‌طور گسترده شناخته شده است. این قابلیت سلامتی‌بخشی بالقوه برگ زیتون، عمدتاً به حضور آنتی‌اکسیدان‌هایی با وزن مولکولی کم به‌عنوان مثال پلی‌فنول‌ها نسبت داده شده است (Talhaoui *et al.*, 2015). پلی‌فنول‌ها به‌واسطه توانایی بالا در مهار رادیکال آزاد، حفاظت در برابر اکسایش و پراکسیداسیون لیپیدها به‌طور گسترده به‌عنوان یک گروه از آنتی‌اکسیدان‌ها به‌کار گرفته می‌شوند (Zhou & Elias, 2013). در سال‌های اخیر، تمایل به افزودن ترکیبات فراسودمند به فرآورده‌های غذایی روبه‌افزایش است. در حالی که این ترکیبات معمولاً به شرایط محیطی، فرایند و یا شرایط معده‌ای-روده‌ای بسیار حساس هستند (Lesmes & McClements, 2009). ریزپوشانی یک انتخاب مناسب جهت پایداری ترکیبات فنولی می‌باشد که در نتیجه آن ذرات یا قطرات کوچک به‌وسیله یک پوشش احاطه شده و یا در یک ماتریس همگن و یا ناهمگن به‌منظور تولید کپسول‌های کوچک با خصوصیات ویژه و مناسب، قرار می‌گیرد (Gharsallaoui, 2007). اخیراً مطالعه‌های گسترده‌ای درباره به‌کارگیری روش‌های مختلف ریزپوشانی از قبیل، خشک‌کردن پاششی، کواکراسیون، محبوس‌سازی لیپوزومی، کمپلکس الحاقی، هم‌تبلوری، نانوریزپوشانی، خشک‌کردن انجمادی و امولسیون انجام گرفته است که در میان آنها، خشک‌کردن پاششی به‌طور گسترده به‌منظور تولید افزودنی‌های غذایی خشک و با ماندگاری بالا مورد استفاده قرار می‌گیرد (Desai & Park, 2005). هم‌تبلوری<sup>۱</sup> با استفاده از ساکارز از جمله روش‌های ریزپوشانی می‌باشد که به‌دلیل سادگی مراحل انجام آن، به‌عنوان فرایندی اقتصادی و انعطاف‌پذیر معرفی

<sup>1</sup> Co-crystallization

## مواد و روش‌ها

در این تحقیق برگ‌های زیتون وارینه<sup>۱</sup> کرونایکی<sup>۱</sup> پس از جمع‌آوری از واحد تحقیقات کشاورزی شهرستان کردکوی، در دمای محیط خشک شده، آسیاب گردید و سپس در بسته‌های پلاستیکی زیپ‌دار عایق هوا و رطوبت، در فریزر با دمای ۱۸- درجه سانتی‌گراد تا زمان انجام آزمایش نگهداری شد (Malik & Bradford, 2008). تمام مواد شیمیایی مورد استفاده در این پژوهش از درجه آزمایشگاهی برخوردار بودند، معرف فولین سیوکالته<sup>۲</sup> و ۲،۲ دی‌فنیل-۱-پیکریل هیدرازیل هیدرات (DPPH<sup>۳</sup>) از شرکت سیگما، کربنات سدیم و اسیدگالیک از شرکت مرک و اتانول از شرکت رازی خریداری شد. ساکارز تجاری مورد استفاده در این پژوهش از بازار تهیه شد.

## تهیه عصاره

به‌منظور تهیه عصاره، برگ زیتون با نسبت ۱۰:۰۰/۳، ۱۰:۰۰/۵ و ۱۰:۱ پودر برگ زیتون به آب، به مدت ۴۰ دقیقه در حمام آب (ساخت آلمان، شرکت ممرت، مدل WB14) در دمای ۹۵ درجه سانتی‌گراد استخراج شد. سپس عصاره حاصل سانتریفیوژ (ساخت کره جنوبی، شرکت هانیل، مدل Cambi-514R) گردید و پس از صاف‌شدن در ظروف تیره در یخچال با دمای ۴ درجه سانتی‌گراد برای انجام آزمون‌های بعدی نگهداری شد (López-Córdoba et al., 2014).

## تهیه پودر

ساکارز تجاری تهیه‌شده از بازار به‌منظور تهیه پودر، مورد استفاده قرار گرفت. بدین‌منظور ۱۰ میلی‌لیتر از عصاره آبی برگ زیتون با ۵۰ گرم ساکارز مخلوط گردید. مخلوط حاصله در ظرف فلزی روی هیتر تا رسیدن به دمای ۱۳۲ درجه سانتی‌گراد به‌صورت مداوم هم‌زده شد. با مشاهده کدورت جزئی در شربت، حرارت‌دهی متوقف شده، در صورتی که هم‌زدن تا زمان رسیدن مخلوط به دمای محیط ادامه یافت. سپس فرآورده هم‌متبلور، به‌وسیله آون (ساخت آلمان، شرکت

ممرت، مدل UFA500) در دمای ۴۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۱۵ ساعت خشک گردید، سپس آسیاب و الک شده و در بسته‌های پلاستیکی محافظ به هوا و رطوبت تا زمان انجام آزمون‌های بعدی نگهداری شد. لازم به ذکر است که محلول فوق‌اشباع ساکارز فاقد عصاره که به روش فوق تهیه شده به‌عنوان نمونه شاهد برای انجام آزمون‌ها مورد استفاده قرار گرفت (López-Córdoba et al., 2014).

## اندازه‌گیری ترکیبات فنولی کل

مقدار ترکیبات فنولی کل موجود از طریق روش رنگ‌سنجی با فولین-سیوکالته در طول موج ۷۶۵ نانومتر توسط دستگاه اسپکتروفتومتر (ساخت انگلستان پی جی اینسترومنت<sup>۴</sup> مدل T80) مورد بررسی قرار گرفت. در این تحقیق منحنی استاندارد اسیدگالیک با همین طول موج در دامنه غلظت ۰/۰۴ تا ۰/۴ میلی‌گرم در میلی‌لیتر رسم گردید. اساس کار در این روش، احیاء معرف فولین توسط ترکیبات فنولی در محیط قلیایی و ایجاد کمپلکس آبی رنگ می‌باشد، که حداکثر جذب را در طول موج ۷۶۵ نانومتر از خود نشان می‌دهد (McDonald et al., 2001).

## تعیین ظرفیت بارگیری و بازده تثبیت

ظرفیت بارگیری ( $L_C$ ) براساس مقدار فنول کل عصاره برگ زیتون بارگیری شده در یک گرم پودر هم‌متبلور محاسبه شد. بازده تثبیت ( $EY$ ) نیز با استفاده از رابطه (۱) محاسبه شد:

رابطه (۱)

$$\%EY = \left( \frac{L_C}{L_0} \right) \times 100$$

در رابطه (۱)  $L_0$  مقدار فنول کل عصاره برگ زیتون در یک گرم مخلوط خام اولیه می‌باشد (López-Córdoba et al., 2014).

## ارزیابی فعالیت آنتی‌اکسیدانی پودر هم‌متبلور

فعالیت آنتی‌اکسیدانی پودر از طریق توانایی مهار

<sup>1</sup> kroniki

<sup>2</sup> Folin Ciocalteu

<sup>3</sup> 2,2 diphenyl-1-picryl-hydrazyl-hydrate

<sup>4</sup> PG instruments

سانتی‌گراد با سرعت حرارت‌دهی ۱۰ درجه سانتی‌گراد در دقیقه و تحت گاز نیتروژن با سرعت جریان ۸۰ میلی‌لیتر بر دقیقه، صورت گرفت (Deladino *et al.*, 2010).

**طیف‌سنجی مادون‌قرمز تبدیل فوریه FT-IR**  
به‌منظور ارزیابی ساختار شیمیایی فراورده هم‌متبلور فاقد عصاره و نیز پودر حاوی عصاره برگ زیتون طیف‌سنجی FT-IR، با استفاده از دستگاه FT-IR (ساخت آمریکا، شرکت پرکین‌المر<sup>۶</sup>، مدل Spectrum RX 1) در گستره ۴۰۰ تا ۴۰۰۰ عکس‌سانتی‌متر انجام شد. به‌منظور تهیه قرص ۱ میلی‌گرم نمونه با ۱۰۰ میلی‌گرم برومید پتاسیم مخلوط شد (López-Córdoba *et al.*, 2014).

**ماندگاری ترکیبات فنولی طی زمان نگهداری**  
پودرهای هم‌متبلور حاوی عصاره ۳، ۵ و ۱۰ درصد به‌منظور ارزیابی پایداری ترکیبات فنولی و نیز حفظ خاصیت آنتی‌اکسیدانی با قابلیت مهار رادیکال آزاد DPPH<sup>۲</sup> در شرایط محیطی مختلف، دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد (تاریکی، نور مصنوعی با استفاده از لامپ ۳۲ وات) با شدت روشنایی ۱/۷ کیلوکس، رطوبت ۷۵ درصد با استفاده از محلول اشباع سدیم کلرید) و دمای ۴ درجه سانتی‌گراد (یخچال)، برای مدت ۴ ماه نگهداری شد. نمونه‌برداری به‌منظور تعیین ترکیبات فنولی کل و خاصیت آنتی‌اکسیدانی نمونه‌های ریزپوشانی شده در ماتریس ساکارز، در فواصل زمانی مختلف در طول دوره نگهداری انجام شد.

### تحلیل آماری

در این پژوهش اثر غلظت‌های مختلف عصاره در ۳ سطح ۳، ۵ و ۱۰ درصد بر ویژگی‌های فیزیکی‌شیمیایی و قابلیت حفظ ترکیبات فنولی و خاصیت آنتی‌اکسیدانی پودر مورد مطالعه قرار گرفت. تجزیه و تحلیل داده‌ها با استفاده از طرح کاملاً تصادفی با نرم‌افزار SPSS نسخه ۱۹ انجام شد. مقایسه میانگین تیمارها به روش دانکن در سطح اطمینان ۹۵ درصد

رادیکال آزاد با استفاده از DPPH و براساس روش (Brand-Williams *et al.*, 1995) انجام گرفت. برای این‌منظور یک گرم از فراورده هم‌تبلور یافته در ۱۰ میلی‌لیتر آب مقطر حل شد سپس ۱۰۰ میکرولیتر از محلول با ۳/۹ میلی‌لیتر محلول اتانولی DPPH (mg ۲۵ DPPH/L) مخلوط شد. نمونه‌ها به مدت ۴۰ دقیقه در محل تاریک قرار گرفتند. در نهایت جذب نمونه‌ها در طول موج ۵۱۷ نانومتر با استفاده از دستگاه اسپکتروفوتومتر خوانده شد. در نهایت درصد مهار رادیکال آزاد DPPH با استفاده از رابطه (۲) محاسبه گردید.

$$I\% = \left( \frac{Abs_b - Abs_s}{Abs_b} \right) \times 100$$

در رابطه (۲)  $Abs_b$  جذب نمونه شاهد (بدون ترکیب مؤثر)،  $Abs_s$  جذب نمونه می‌باشند.

### میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)

به‌منظور بررسی مورفولوژی و ساختار سطحی میکروکپسول‌های به‌دست‌آمده، پس از تثبیت و پوشش‌دهی نمونه‌ها به مدت ۲ دقیقه با استفاده از لایه نازکی از طلا، به‌وسیله دستگاه پوشش‌دهنده (ساخت کشور کره جنوبی، شرکت هویئون تک<sup>۱</sup> مدل HC-21) از میکروسکوپ الکترونی روبشی (ساخت کشور کره جنوبی، شرکت پمترون<sup>۳</sup>، مدل PS-230) با بزرگ‌نمایی ۳۰۰ و ولتاژ ۱۰ کیلوولت استفاده شد (López-Córdoba *et al.*, 2014).

### گرماسنج روبشی افتراقی<sup>۴</sup>

ارزیابی حرارتی با استفاده از دستگاه DSC (ساخت سوئیس، شرکت متلر تولیدو<sup>۵</sup>، مدل DSC823) انجام گرفت. برای این منظور ۵-۳ میلی‌گرم نمونه در ظروف آلومینیومی کوچک مخصوص دستگاه قرار گرفت و به‌طور کامل درب‌بندی شد. ظرف آلومینیومی فاقد نمونه نیز به‌عنوان شاهد مورد استفاده قرار گرفت. ارزیابی حرارتی در محدوده دمایی ۲۵ تا ۲۵۰ درجه

<sup>1</sup> Scanning Electron Microscope

<sup>2</sup> HOYEON Tech Co.Ltd

<sup>3</sup> Pmetron

<sup>4</sup> Differential Scanning Calorimetry

<sup>5</sup> Mettler-Toledo

<sup>6</sup> Fourier Transform Infrared Spectroscopy

<sup>7</sup> Perkin Elmer

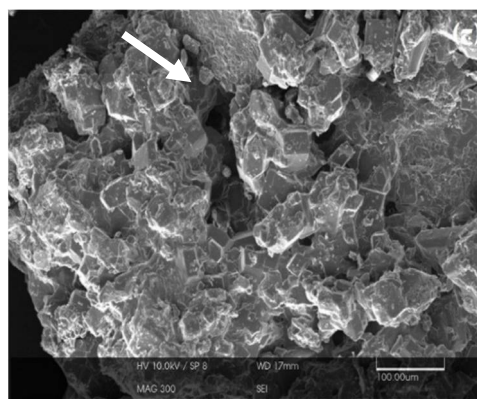
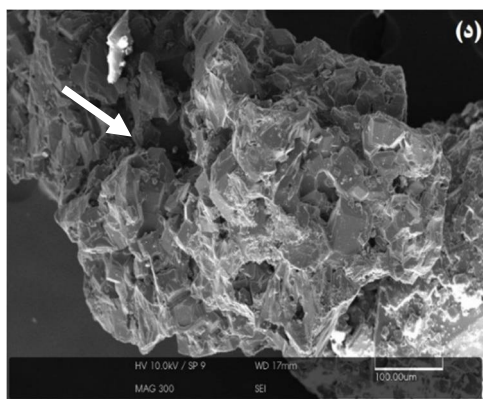
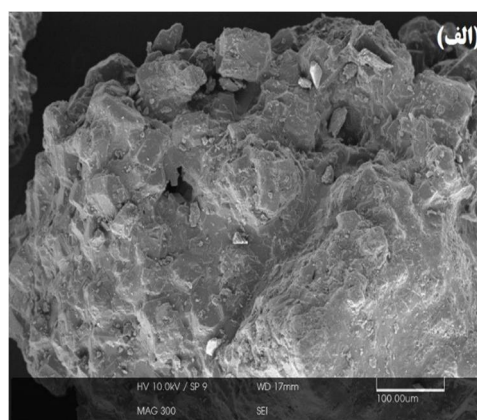
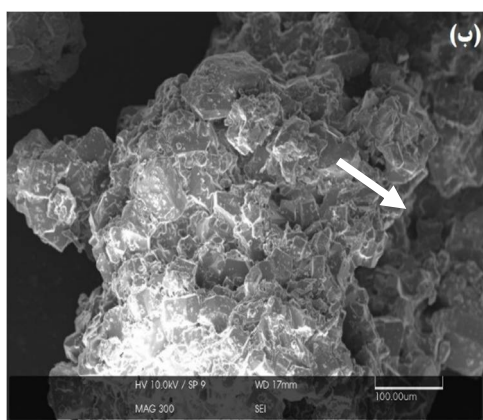
انجام گرفت.

## نتایج و بحث

### ریزساختارهای پودر تولیدی

شکل (۱) ریزساختار سطحی پودرهای هم‌متبلور عصاره برگ زیتون را نشان می‌دهد. به صورت تئوری در منابع مختلف ذکر شده است که کارایی فرایند ریزپوشانی در این روش به ایجاد یک ساختار متخلخل وابسته است. لذا هدف از بررسی ساختار سطحی ذرات تأیید شکل‌گیری ذرات متخلخل به‌منظور

به‌دام‌انداختن ترکیبات هسته است. همه نمونه‌ها یک ساختار متخلخل را نشان می‌دهند که در نتیجه شکل‌گیری آگلومره‌های خوشه‌مانند است. در همه نمونه‌ها حفره‌های نامنظم بین آگلومره‌ها مشاهده شد. هیچ تفاوت ساختاری بین نمونه‌ها با غلظت‌های مختلف عصاره مشاهده نشد. مشاهده‌های مشابهی برای سایر فراورده‌های هم‌متبلور توسط محققین مختلف گزارش شده است ( López-Córdoba *et al.*, 2014; Bhandari & Hartel, 2002; Deladino *et al.*, 2010).



شکل ۱ - تصاویر میکروسکوپ الکترونی پودرهای هم‌متبلور حاوی عصاره برگ زیتون در بزرگ‌نمایی ۳۰۰: (الف) نمونه شاهد، (ب) پودر هم‌متبلور حاوی عصاره ۳ درصد، (ج) پودر هم‌متبلور حاوی عصاره ۵ درصد، (د) پودر هم‌متبلور حاوی عصاره ۱۰ درصد

و یکی از اهداف ریزپوشانی موفق عدم واکنش ماده هسته با دیواره می‌باشد لذا هدف از ارزیابی حرارتی محصول نهایی و مقایسه آن با ماتریس یا نمونه شاهد، بررسی وجود یا عدم وجود تغییرات در ساختار و واکنش‌های احتمالی بین ماده دیواره و هسته است. نمونه شاهد یک پیک اصلی در محدوده دمایی ۱۹۰ درجه سانتی‌گراد مشابه نقطه ذوب ساکارز از خود

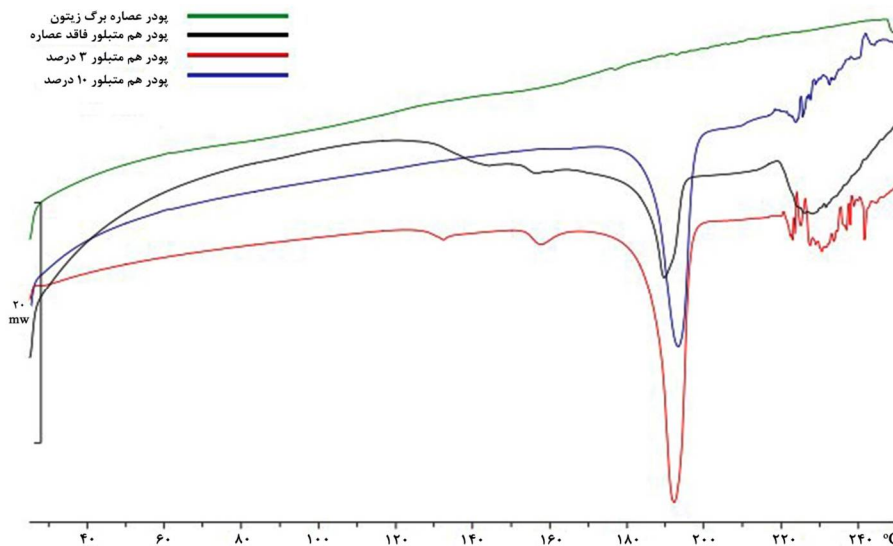
### ویژگی‌های حرارتی پودر هم‌متبلور

شکل (۲) ترموگرام‌های مربوط به نمونه شاهد، عصاره خشک‌شده برگ زیتون، پودرهای هم‌متبلور حاوی عصاره ۳ و ۱۰ درصد برگ زیتون را نشان می‌دهد. از آنجایی که ممکن است ترکیبات موجود در عصاره با ماده دیواره واکنش داده و در نتیجه احتمال تغییر ساختار کریستالی و تولید محصولات ثانویه وجود دارد

نشان دادند. نتایج مشابهی در رابطه با ریزپوشانی عصاره یربامته<sup>۱</sup> در ماتریس ساکارز طی فرایند هم‌تبلوری ارائه شده است (Deladino *et al.*, 2010).

پیک در محدوده دمایی ۱۵۰ و ۱۵۷ درجه سانتی‌گراد مشاهده شد. وجود پیک در محدوده دمایی ۱۵۰ درجه سانتی‌گراد توسط محققین مختلف نیز گزارش شده است. این پیک می‌تواند در نتیجه رطوبت باقی‌مانده، ترکیبات آمورف در سطح بلورهای ساکارز یا سایر ترکیبات به‌ویژه نمک‌های معدنی باشد (Bhandari & Hartel, 2002; Beckett *et al.*, 2006). ترموگرام‌های DSC نشان دادند که بعد از فرایند ریزپوشانی، ساکارز ساختار کریستالی خود را حفظ می‌کند.

نشان داد. وجود پیک در محدوده ۱۹۰ درجه سانتی‌گراد برای ساکارز خالص توسط سایر محققین نیز گزارش شده است (Bhandari & Hartel, 2002; Hurtt *et al.*, 2004; Roos, 1995; Zeng *et al.*, 2001). پیک‌های مشاهده‌شده در دمای حدود ۲۳۵ درجه سانتی‌گراد، مربوط به تجزیه ساکارز است. دمای ذوب برای این پیک ثابت نیست به این دلیل که، در طول تجزیه ساکارز ترکیبات مختلفی می‌توانند در زمان‌های مختلف تولید گردند. پودر عصاره برگ زیتون یک پیک پهن که در نتیجه حضور ترکیبات پیچیده مختلف در عصاره است، از خود نشان داد. پودرهای هم‌تبلور حاوی عصاره ۳ و ۱۰ درصد پیک در محدوده دمایی مشابه با نقطه ذوب ساکارز از خود



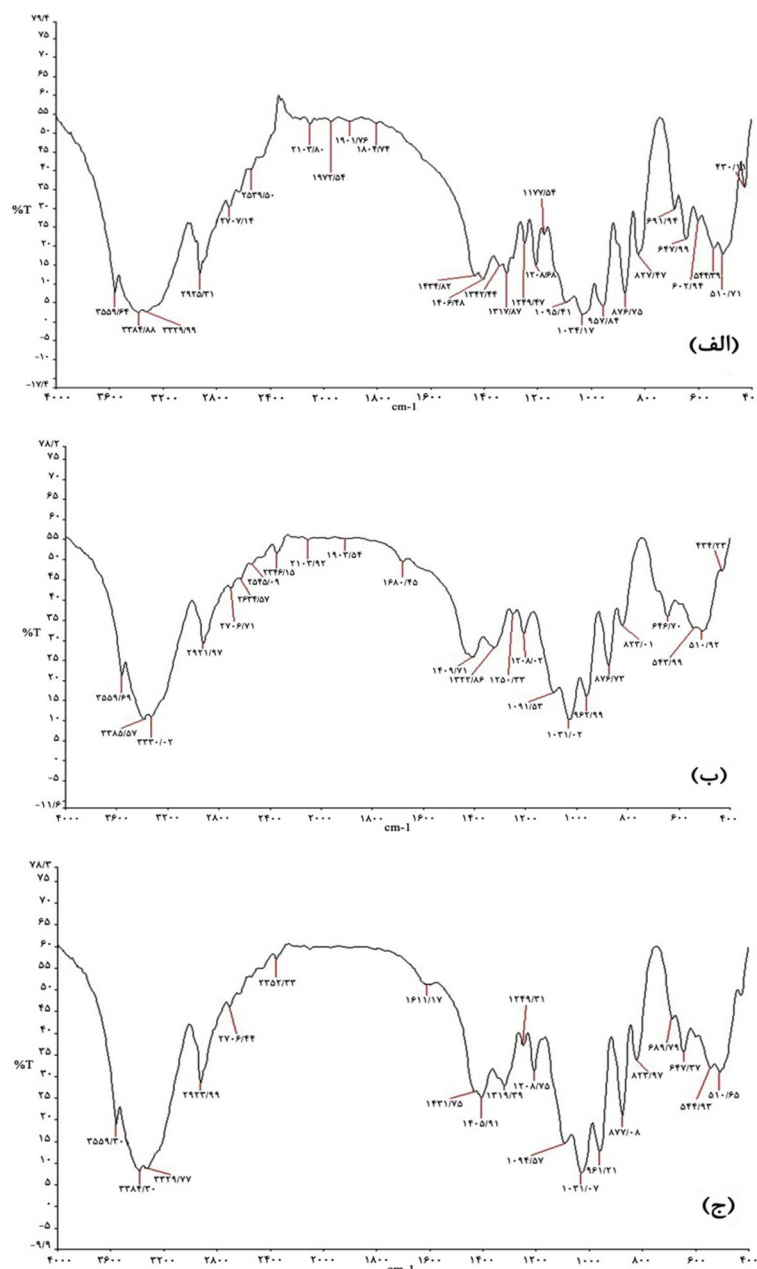
شکل ۲- نمودارهای DSC پودرهای هم‌تبلور و عصاره برگ زیتون

در محدوده فرکانس ۲۹۲۳ تا ۳۰۰۰ عکس سانتی‌متر مربوط به ارتعاشات کششی گروه‌های C-H می‌باشد. ارتعاشات کششی متقارن و نامتقارن مربوط به گروه  $\text{-CH}_2$  در محدوده ۲۹۳۰ تا ۲۹۸۰ عکس سانتی‌متر مشاهده شد. ارتعاشات کششی در محدوده فرکانس ۹۰۰ تا ۱۱۰۰ عکس سانتی‌متر مربوط به گروه‌های C-O می‌باشد و ارتعاشات کششی مربوط به گروه C-C در محدوده ۹۵۷ تا ۱۰۳۴ عکس سانتی‌متر مشاهده شد. این یافته‌ها نیز در تطابق با نتایج به‌دست‌آمده توسط سایر محققین می‌باشد (López-Córdoba *et al.*, 2014).

#### طیف‌سنجی مادون‌قرمز تبدیل فوریه

در این تحقیق به منظور شناسایی گروه‌های عامل موجود در فراورده هم‌تبلور حاوی عصاره آبی برگ زیتون و نیز پودر فاقد عصاره از طیف‌سنجی مادون‌قرمز تبدیل فوریه استفاده شد و نتایج در شکل (۳) ارائه شده است. همه نمونه‌های مورد آنالیز باندهای مختص به مولکول ساکارز را که توسط Gopi و همکاران (۲۰۱۳) نیز گزارش شده بود از خود نشان دادند. یک پیک نسبتاً پهن در محدوده فرکانس ۳۳۵۷ عکس سانتی‌متر در طیف نشان داده شد که مربوط به ارتعاشات کششی گروه‌های OH می‌باشد. وجود پیک

<sup>1</sup> Yerba mate (*Ilex paraguariensis*)



شکل ۳- طیف FT-IR مربوط به فراورده هم‌متبلور (الف) حاوی عصاره ۱۰ درصد، (ب) حاوی عصاره ۳ درصد، (ج) فاقد عصاره

مقادیر به دست آمده در ریزپوشانی عصاره یربامته در ماتریس ساکارز (López-Córdoba *et al.*, 2014) و همچنین پودرهای هم‌متبلور حاوی عصاره یربامته و نمک‌های معدنی در ماتریس ساکارز بود (Deladino *et al.*, 2007). لازم به ذکر است که منظور از بازده تثبیت همان راندمان ریزپوشانی ترکیبات می‌باشد.

پایداری ترکیبات فنولی و حفظ خاصیت آنتی‌اکسیدانی طی زمان  
به‌منظور بررسی پایداری پلی‌فنول‌های بارگیری‌شده در

#### ظرفیت بارگیری و بازده تثبیت

غلظت پلی‌فنول‌های عصاره برگ زیتون بارگیری شده در پودرهای هم‌متبلور که حاوی عصاره ۳، ۵ و ۱۰ درصد بودند، به ترتیب در حدود ۰/۳۶۱، ۰/۶۴۹ و ۱/۱۷۸ میلی‌گرم اسیدگالیک به ازای ۱ گرم پودر تعیین شد. بازده ریزپوشانی نیز برای نمونه‌ها طی فرایند هم‌تبلوری نیز در حدود ۸۹ درصد به دست آمد. بازده تثبیت ۸۵ درصد در ریزپوشانی عصاره آبی یربامته در ماتریس ساکارز طی فرایند هم‌تبلوری گزارش شد. بازده تثبیت در این تحقیق مشابه با

می‌شود، که براین اساس پودرهای نگهداری شده در شرایط رطوبت ۷۵ درصد بیشترین کاهش در محتوای پلی‌فنولی پس از گذشت ۴ ماه در مقایسه با سایر شرایط از خود نشان دادند (شکل ۵). به گونه‌ای که میزان حفظ پلی‌فنول‌های عصاره برگ زیتون توسط فرآورده‌های هم‌متبلور حاوی عصاره ۳، ۵ و ۱۰ درصد به ترتیب ۰/۲۵، ۰/۷۱ و ۰/۷۳ درصد محاسبه شد. این امر می‌تواند ناشی از اثر توأم رطوبت و نور بر پلی‌فنول‌های پودرهای نگهداری شده در این شرایط باشد که بیشترین اثر تخریبی را برجای گذاشته است، لازم به ذکر است که دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد نیز می‌تواند باعث تشدید اثر ترکیبی رطوبت و نور بر محتوای پلی‌فنولی پودر تحت این شرایط شود. Zheng و همکاران (۲۰۱۰)، ریزپوشانی عصاره بیبری<sup>۱</sup> را در اتیل‌سلولز انجام دادند و پایداری پودر حاصله را در شرایط نگهداری در رطوبت‌های نسبی مختلف مورد ارزیابی قرار دادند. آنها نیز گزارش کردند با افزایش رطوبت محیط نگهداری پودرها، میزان حفاظت از پلی‌فنول‌های موجود در ساختار اتیل‌سلولز کاهش می‌یابد. آنها همچنین کاهش حدود ۱۸ درصدی را در مقدار پلی‌فنولی‌های پودر پس از گذشت ۶ هفته از زمان نگهداری، در رطوبت نسبی ۷۵ درصد و دمای ۳۷ درجه سانتی‌گراد گزارش کردند. Fang و Bhandari (۲۰۱۰)، نیز گزارش کردند با افزایش فعالیت آبی و دمای محیط نگهداری پودرهای بیبری ریزپوشانی شده در ساختار مالتودکسترین با استفاده از فرایند خشک‌کردن پاششی، محتوای فنولی و میزان آنتوسیانین پودرها به میزان بیشتری کاهش می‌یابد. تأثیر شرایط نور مصنوعی بر تخریب ترکیبات فنولی در شکل (۴) نشان داده شده است. پودرهای هم‌متبلور حاوی عصاره ۳، ۵ و ۱۰ درصد به ترتیب به میزان ۷۵/۷۸، ۷۹/۰۲ و ۸۶/۸۵ درصد قادر به حفظ ترکیبات فنولی بعد از ۴ ماه نگهداری در زیر نور لامپ مصنوعی ۳۲ وات با شدت روشنایی ۱/۷ کیلو لوکس بودند. Pains و همکاران (۲۰۱۶)، نیز کاهش ۴۴ درصد در محتوای ترکیبات پلی‌فنول‌های تغاله زیتون ریزپوشانی شده در مالتودکسترین با استفاده از

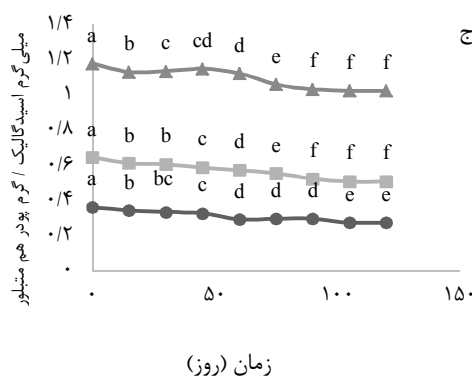
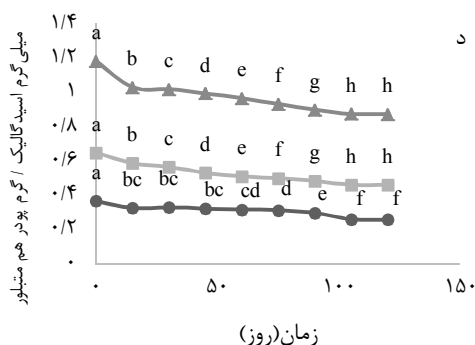
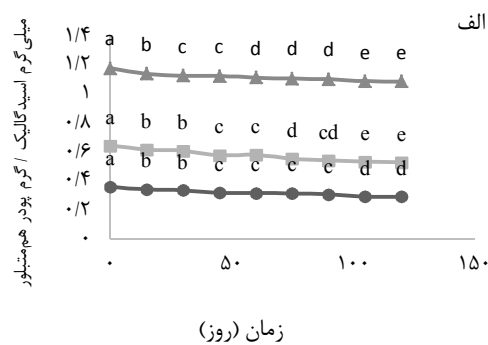
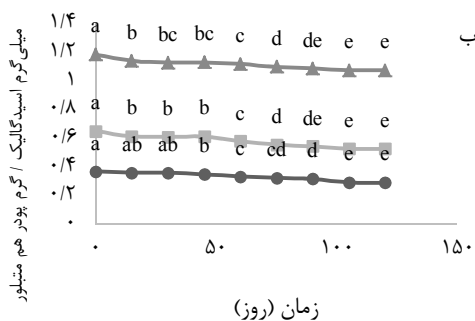
پودر و نیز حفظ خاصیت آنتی‌اکسیدانی فرآورده هم‌تبلوری طی زمان نگهداری، پودرهای هم‌متبلور حاوی عصاره ۳، ۵ و ۱۰ درصد، در شرایط محیطی مختلف از قبیل دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد (نور، تاریکی و رطوبت ۷۵ درصد) و دمای ۴ درجه سانتی‌گراد به مدت ۴ ماه نگهداری شد. به‌طور کلی نتایج آزمون‌ها تفاوت معنی‌داری ( $P < 0/05$ ) در رابطه با قابلیت حفظ ترکیبات فنولی در برابر شرایط محیطی، برای پودرهای حاوی مقادیر مختلف عصاره در طول ۴ ماه نگهداری نشان داد. به گونه‌ای که کمترین کاهش در محتوای ترکیبات فنولی برای پودرهای هم‌متبلور حاوی عصاره ۱۰ درصد و بیشترین کاهش برای پودرهای حاوی عصاره ۳ درصد، پس از اتمام ۴ ماه نگهداری مشاهده شد. این امر احتمالاً ناشی از تفاوت در غلظت پلی‌فنول‌های بارگیری شده در پودر می‌باشد. در نتیجه پودرهای حاوی مقادیر بالاتر از ترکیبات فنولی اثر حفاظتی بهتری از خود نشان دادند. همان‌طور که در شکل (۴) نشان داده شده است، کاهش معنی‌داری ( $P < 0/05$ ) در محتوای پلی‌فنول‌های پودر برای همه تیمارها در هر ۴ شرایط نگهداری در ۱۴ روز اول مشاهده شد. نتایج مشابهی توسط Çam و همکاران (۲۰۱۴)، که ریزپوشانی پلی‌فنول‌های پوست انار را با استفاده از مالتودکسترین به‌عنوان ماده دیواره انجام دادند، گزارش شده است. دو مکانیسم احتمالی برای این پدیده ارائه شده است. نخست اینکه، برخی از پلی‌فنول‌ها ممکن است در برابر تخریب اکسیداتیو مستعدتر باشند در نتیجه سریع‌تر از سایر پلی‌فنول‌های موجود در پودر درگیر واکنش‌های تخریبی شده و از بین بروند (Del Caro *et al.*, 2004). فرضیه دیگر که برای این پدیده ارائه شده این است که، ترکیبات فنولی موجود روی سطح کپسول‌ها در مقایسه با پلی‌فنول‌های قرار گرفته در ساختار کپسول، بیشتر در معرض اکسیداسیون قرار می‌گیرند (Çam *et al.*, 2014). در این بررسی میزان حفاظت از پلی‌فنول‌های عصاره برگ زیتون بارگیری شده در پودر هم‌متبلور به‌صورت، درصد پلی‌فنول‌های باقی‌مانده در میکروکپسول‌ها پس از طی مدت زمان مشخص و تحت شرایط خاص نگهداری به محتوای پلی‌فنول‌های پودر هم‌متبلور اولیه بیان

<sup>1</sup> Bayberry (*Myrica*)

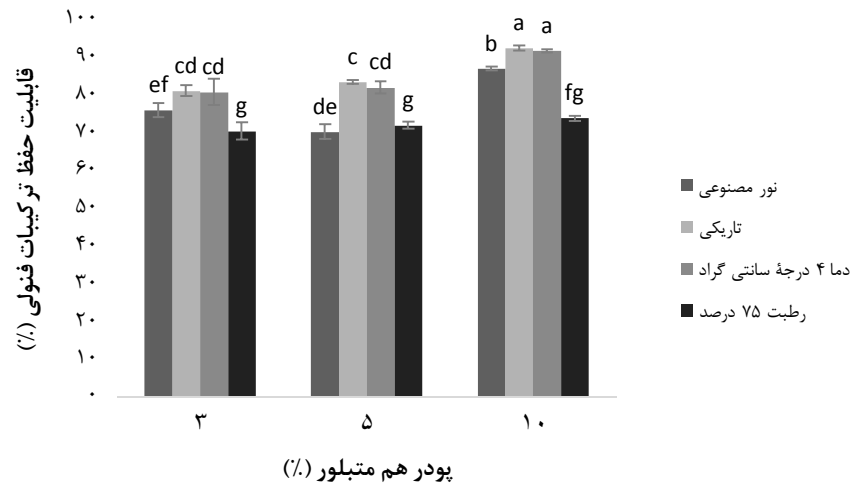


یخچال بوده که می‌تواند باعث تخریب اندک محتوای فنولی پودرهای نگهداری‌شده در این شرایط گردد. قابلیت حفظ ترکیبات فنولی برای پودرهای هم‌متبلور حاوی عصاره ۳، ۵ و ۱۰ درصد که در تاریکی نگهداری شدند به ترتیب ۸۱/۰۶، ۸۳/۳۴ و ۹۲/۲۵ درصد بود. Pains و همکاران (۲۰۱۶) نیز کاهش اندک در محتوای فنولی پودرهای نگهداری‌شده در شرایط تاریکی در دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد را پس از گذشت ۷۰ روز گزارش کردند. آنها بیان کردند که این کاهش اندک می‌تواند در نتیجه اثر دمای نگهداری بر ترکیبات فنولی پودر باشد. پودرهای حاوی عصاره ۳، ۵ و ۱۰ درصد نگهداری‌شده در دمای ۴ درجه سانتی‌گراد به ترتیب به میزان ۸۰/۵۹، ۸۱/۷۸ و ۹۱/۵۷ درصد قادر به حفظ ترکیبات فنولی طی زمان نگهداری بودند. در یک تحقیق کاهش ۱۱ درصد در میزان آنتوسیانین‌های ریزپوشانی‌شده در مالتودکسترین پس از گذشت ۶۵ روز از زمان نگهداری پودرها در دمای ۴ درجه سانتی‌گراد توسط محقق گزارش شده است (Ersus & Yurdagel, 2007).

تکنیک خشک‌کن پاششی، پس از ۷۰ روز نگهداری در زیر نور لامپ با شدت روشنایی ۲/۱ کیلولوکس گزارش کردند. در بررسی دیگر نیز گزارش شد، پلی‌فنول‌های نمونه‌های پودر بیبری ریزپوشانی‌شده در اتیل سلولز برای مدت ۲۴ ساعت پس از قرارگیری در معرض نور لامپ رشته‌ای ۹ وات پایدار بود و پس از آن کاهش اندکی در محتوای فنولی پودر تا ۱۲۰ ساعت مشاهده شد (Zheng et al., 2011). Ersus و Yurdagel (۲۰۰۷)، کاهش ۳۳ درصد در میزان آنتوسیانین‌های ریزپوشانی‌شده در مالتودکسترین پس از گذشت ۶۵ روز از زمان نگهداری پودرها در دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد و نور مصنوعی با شدت تابش ۳ کیلولوکس را گزارش کردند. مقایسه نتایج به‌دست‌آمده برای فراورده‌های هم‌متبلور نگهداری‌شده در شرایط تاریکی (دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد) و یخچال (دمای ۴ درجه سانتی‌گراد) نشان داد، پودرهای نگهداری‌شده در شرایط تاریکی در هر ۳ غلظت، اثر حفاظتی بیشتری برای پلی‌فنول‌های بارگیری‌شده در پودر داشتند اما این تفاوت معنی‌دار نبود، این امر احتمالاً ناشی از رطوبت موجود در



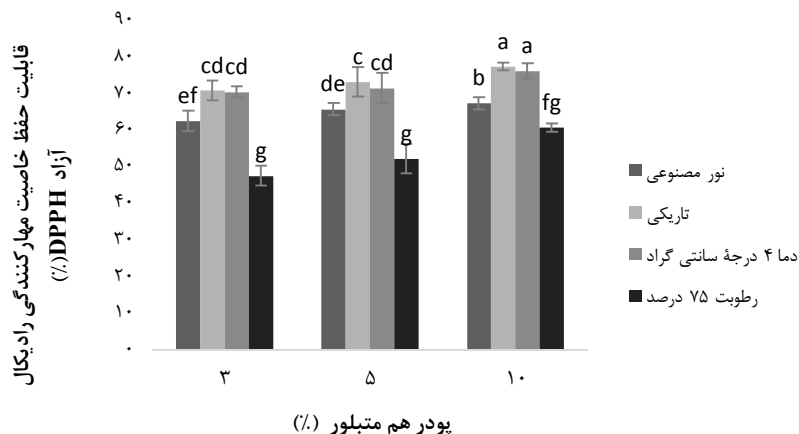
شکل ۴- پایداری ترکیبات فنولی پودر هم‌متبلور حاوی عصاره برگ زیتون در شرایط مختلف نگهداری: (الف) تاریکی دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد، (ب) دمای ۴ درجه سانتی‌گراد، (ج) نور مصنوعی دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد، (د) رطوبت ۷۵ درصد دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد (علائم: ●، ■ و ▲ روی نمودارها به ترتیب مربوط به غلظت عصاره ۳، ۵ و ۱۰ درصد می‌باشند)



شکل ۵- نمودار درصد حفظ ترکیبات فنولی کل پودرهای هم‌متبلور حاوی عصاره ۳، ۵ و ۱۰ درصد، پس از اتمام ۴ ماه نگهداری در شرایط مختلف محیطی: تاریکی دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد، دمای ۴ درجه سانتی‌گراد، نور مصنوعی دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد، رطوبت ۷۵ درصد دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد

آنتی‌اکسیدانی پودرهای نگهداری‌شده در شرایط نور مصنوعی در مقایسه با رطوبت ۷۵ درصد به میزان کمتری کاهش یافت. بیشترین میزان حفظ خاصیت آنتی‌اکسیدانی برای پودرهای هم‌متبلور نگهداری‌شده در شرایط تاریکی مشاهده شد. به‌طور کلی استفاده از ساکارز به‌منظور ریزپوشانی ترکیبات زیست‌فعال عصاره آبی برگ زیتون طی فرایند هم‌متبلور، توانست حفاظت مناسبی از ترکیبات فنولی و نیز خاصیت آنتی‌اکسیدانی طی شرایط مختلف نگهداری از خود نشان دهد. بهترین اثر حفاظت‌کنندگی برای پودرهای هم‌متبلور حاوی عصاره ۱۰ درصد نگهداری‌شده در شرایط تاریکی و دمای ۴ درجه سانتی‌گراد به‌دست آمد، بنابراین این فرآورده می‌تواند به‌عنوان یک منبع آنتی‌اکسیدانی به‌منظور افزودن به مواد غذایی و دارویی در نظر گرفته شود.

خاصیت آنتی‌اکسیدانی پلی‌فنول‌ها به واسطه گروه‌های هیدروکسیل موجود در ساختار مولکول‌های آن می‌باشد که قادرند از طریق دادن اتم هیدروژن به رادیکال آزاد منجر به ثبات آن شده و در نتیجه با جلوگیری از اکسیداسیون چربی‌ها، پروتئین‌ها و DNA، باعث کاهش هر چه بیشتر عوارض جانبی ناشی از اکسیداسیون گردند (Rice-Evans *et al.*, 1997). با توجه به قابلیت حفاظت مناسب از ترکیبات فنولی طی زمان نگهداری در شرایط مختلف، پودرها پتانسیل آنتی‌اکسیدانی مناسبی را از خود نشان دادند. مقادیر فعالیت آنتی‌اکسیدانی فرآورده هم‌متبلور در برابر مهار رادیکال آزاد DPPH طی زمان نگهداری در شکل (۶) آورده شده است. مشابه نتایج به‌دست آمده برای آزمون پایداری ترکیبات فنولی، بیشترین کاهش در خاصیت آنتی‌اکسیدانی برای پودرهای نگهداری‌شده در شرایط رطوبت نسبی ۷۵ درصد مشاهده شد. نتایج مشابهی توسط سایر محققین در رابطه با اثر افزایش فعالیت آبی و دمای محیط نگهداری بر کاهش فعالیت آنتی‌اکسیدانی پودرهای بیبری ریزپوشانی‌شده در ساختار مالتودکسترین گزارش شده است (Fang & Bhandari, 2011; Tonon *et al.*, 2010). خاصیت



شکل ۶- نمودار درصد حفظ فعالیت آنتی‌اکسیدانی پودرهای هم‌متبلور حاوی عصاره ۳، ۵ و ۱۰ درصد، پس از اتمام ۴ ماه نگهداری در شرایط مختلف محیطی: تاریکی دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد، دمای ۴ درجه سانتی‌گراد، نور مصنوعی دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد، رطوبت ۷۵ درصد دمای ۲۵ درجه سانتی‌گراد

برگ زیتون پیوندهایی مختص به مولکول ساکارز را نشان داد که این امر حاکی از عدم تغییر در پیوندهای کوالانسی موجود در ساختار مولکول ساکارز پس از فرایند می‌باشد. نتایج آزمون‌های پایداری ترکیبات فنولی و نیز حفظ خاصیت آنتی‌اکسیدانی در برابر مهار نشان‌دهنده پایداری مناسب ترکیبات فنولی ریزپوشانی‌شده در ساختار پودر و نیز حفظ خاصیت آنتی‌اکسیدانی در شرایط مختلف محیطی (دما، رطوبت و نور) بود. در نتیجه این فرآورده می‌تواند به‌عنوان یک منبع آنتی‌اکسیدانی با ماندگاری بالا در فرمولاسیون ترکیبات غذایی فراسودمند و نیز مواد دارویی مورد استفاده قرار گیرد.

### نتیجه‌گیری

در این بررسی پلی‌فنول‌های عصاره آبی برگ زیتون در ماتریس ساکارز طی فرایند هم‌تبلوری به‌دام انداخته شد. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی وجود فضاهای خالی در ساختار بلورهای ساکارز شکل‌گرفته طی فرایند هم‌تبلوری را نشان داد. در نتیجه شکل‌گیری این ساختار متخلخل ناحیه سطحی افزایش یافته، بنابراین ترکیبات موجود در عصاره در این منافذ به‌دام می‌افتند. ترموگرام‌های گرماسنج روبشی افتراقی برای فرآورده هم‌متبلور وجود پیک در محدوده دمایی ۱۹۰ درجه سانتی‌گراد مشابه نقطه ذوب ساکارز را از خود نشان داد. نمودارهای FT-IR برای نمونه فاقد عصاره و پودر هم‌متبلور حاوی عصاره

### منابع

- 1- Awad, A., & Chen, A.C., 1993. A new generation of sucrose products made by cocrystallization. *Food Technology*, 47:146-148.
- 2- Ayala-Zavala, J.F., Vega-Vega, V., Rosas-Domínguez, C., Palafox-Carlos, H., Villa-Rodriguez, J.A., Siddiqui, M.W., & González-Aguilar, G.A. 2011. Agro-industrial potential of exotic fruit byproducts as a source of food additives. *Food Research International*, 44(7): 1866-1874.
- 3- Beckett, S.T., Francesconi, M.G., Geary, P.M., Mackenzie, G., & Maulny, A.P. 2006. DSC study of sucrose melting. *Carbohydrate Research*, 341(15): 2591-2599.
- 4- Beristain, C.I., Mendoza, R.E., Garcia, H.S., & Vazquez, A. 1994. Cocrystallization of jamaica (*Hibiscus sabdarifa* L.) granules. *LWT-Food Science and Technology*, 27(4): 347-349.
- 5- Bhandari, B.R., & Hartel, R.W. 2002. Co-crystallization of Sucrose at High Concentration in the Presence of Glucose and Fructose. *Journal of Food Science*, 67(5): 1797-1802.

- 6- Bhandari, B.R., Datta, N., D'Arcy, B.R., & Rintoul, G.B. 1998. Co-crystallization of honey with sucrose. *LWT-Food Science and Technology*, 31(2): 138-142.
- 7- Boskou, D., Blekas, G., & Tsimidou, M. 2005. Phenolic compounds in olive oil and olives. *Current Topics in Nutraceutical Research*, 3: 125-136.
- 8- Brand-Williams, W., Cuvelier, M.E., & Berset, C.L.W.T. 1995. Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. *LWT-Food Science and Technology*, 28(1): 25-30.
- 9- Çam, M., İcyer, N.C., & Erdoğan, F. 2014. Pomegranate peel phenolics: microencapsulation, storage stability and potential ingredient for functional food development. *LWT-Food Science and Technology*, 55(1): 117-123.
- 10-Chen, A.C. 1994. Ingredient technology by the sugar cocrystallization process. *International Sugar Journal*, 96: 493-494.
- 11-Chen, A.C., Veiga, M.F., & Rizzuto, A.B. 1988. Cocrystallization: an encapsulation process. *Food Technology (USA)*. 42(11), 87-90.
- 12-Del Caro, A., Piga, A., Pinna, I., Fenu, P.M., & Agabbio, M. 2004. Effect of drying conditions and storage period on polyphenolic content, antioxidant capacity, and ascorbic acid of prunes. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52(15): 4780-4784.
- 13-Deladino, L., Navarro, A.S., & Martino, M.N. 2010. Microstructure of minerals and yerba mate extract co-crystallized with sucrose. *Journal of Food Engineering*, 96(3): 410-415.
- 14-Deladino, L., Anbinder, P.S., Navarro, A.S., & Martino, M.N. 2007. Co-crystallization of yerba mate extract (*Ilex paraguariensis*) and mineral salts within a sucrose matrix. *Journal of Food Engineering*, 80(2):573-580.
- 15-Desai, K.G.H., & Jin Park, H. 2005. Recent developments in microencapsulation of food ingredients. *Drying Technology*, 23(7): 1361-1394.
- 16-Dimitrios, B. 2006. Sources of natural phenolic antioxidants. *Trends in Food Science & Technology*, 17(9):505-512.
- 17-Ersus, S., & Yurdagel, U. 2007. Microencapsulation of anthocyanin pigments of black carrot (*Daucus carota* L.) by spray drier. *Journal of Food Engineering*, 80(3):805-812.
- 18-Fang, Z., & Bhandari, B. 2011. Effect of spray drying and storage on the stability of bayberry polyphenols. *Food Chemistry*, 129(3):1139-1147.
- 19-Gharsallaoui, A., Roudaut, G., Chambin, O., Voilley, A., & Saurel, R. 2007. Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: An overview. *Food Research International*, 40(9):1107-1121.
- 20-Gopi, D., Bhuvaneshwari, N., Indira, J., & Kavitha, L. 2013. Synthesis and spectroscopic investigations of hydroxyapatite using a green chelating agent as template. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 104: 292-299.
- 21-Hurtta, M., Pitkänen, I., & Knuutinen, J. 2004. Melting behaviour of D-sucrose, D-glucose and D-fructose. *Carbohydrate Research*, 339(19):2267-2273.
- 22-Lesmes, U., & McClements, D.J. 2009. Structure–function relationships to guide rational design and fabrication of particulate food delivery systems. *Trends in Food Science & Technology*, 20(10):448-457.
- 23-López-Córdoba, A., Deladino, L., Agudelo-Mesa, L., & Martino, M. 2014. Yerba mate antioxidant powders obtained by co-crystallization: Stability during storage. *Journal of Food Engineering*, 124:158-165.
- 24-Malik, N.S., & Bradford, J.M. 2008. Recovery and stability of oleuropein and other phenolic compounds during extraction and processing of olive (*Olea europaea* L.) leaves. *Journal of Food Agriculture and Environment*, 6(2): 8-13.

- 25-McDonald, S., Prenzler, P.D., Antolovich, M., & Robards, K. 2001. Phenolic content and antioxidant activity of olive extracts. *Food Chemistry*, 73(1):73-84.
- 26-Paini, M., Aliakbarian, B., Casazza, A.A., Lagazzo, A., Botter, R., & Perego, P. 2015. Microencapsulation of phenolic compounds from olive pomace using spray drying: A study of operative parameters. *LWT-Food Science and Technology*, 62(1):177-186.
- 27-Peralbo-Molina, A., & de Castro, M.D.L. 2013. Potential of residues from the Mediterranean agriculture and agrifood industry. *Trends in Food Science & Technology*, 32(1):16-24.
- 28-Rice-Evans, C., Miller, N., & Paganga, G. 1997. Antioxidant properties of phenolic compounds. *Trends in Plant Science*, 2(4): 152-159.
- 29-Roos, Y.H. 1995. Phase transitions in foods Academic Press Inc. San Diego, California, 360.
- 30-Talhaoui, N., Taamalli, A., Gómez-Caravaca, A.M., Fernández-Gutiérrez, A., & Segura-Carretero, A. 2015. Phenolic compounds in olive leaves: Analytical determination, biotic and abiotic influence, and health benefits. *Food Research International*, 77: 92-108.
- 31-Tonon, R.V., Brabet, C., & Hubinger, M.D. 2010. Anthocyanin stability and antioxidant activity of spray-dried açai (*Euterpe oleracea* Mart.) juice produced with different carrier agents. *Food Research International*, 43(3): 907-914.
- 32-Zeng, X.M., Martin, G.P., & Marriott, C. 2001. Effects of molecular weight of polyvinylpyrrolidone on the glass transition and crystallization of co-lyophilized sucrose. *International Journal of Pharmaceutics*, 218(1): 63-73.
- 33-Zheng, L., Ding, Z., Zhang, M., & Sun, J. 2011. Microencapsulation of bayberry polyphenols by ethyl cellulose: Preparation and characterization. *Journal of Food Engineering*, 104(1): 89-95.
- 34-Zhou, L., & Elias, R.J. 2013. Antioxidant and pro-oxidant activity of (-)-epigallocatechin-3-gallate in food emulsions: Influence of pH and phenolic concentration. *Food Chemistry*, 138(2): 1503-1509.

## The Entrapment of Bioactive Compounds of Olive Leaf Extracts into a Sucrose Matrix by Co-Crystallization Process: Structural Characterization and Stability

Mahdieh Akbari<sup>1</sup>, Alireza Sadeghi Mahoonak<sup>2\*</sup>, Mohammad Ghorbani<sup>3</sup>,  
Mehdi Kashaninejad<sup>4</sup>, Khashayar Sarabandi<sup>5</sup>

- 1- MSc Student, Faculty of Food Science & Technology, Gorgan University of Agricultural Sciences and Natural Resources, Gorgan, Iran
- 2- Associate Professor, Faculty of Food Science & Technology, Gorgan University of Agricultural Sciences and Natural Resources, Gorgan, Iran
- \* Corresponding author (sadeghiaz@yahoo.com)
- 3- Associate Professor, Faculty of Food Science & Technology, Gorgan University of Agricultural Sciences and Natural Resources, Gorgan, Iran
- 4- Professor, Faculty of Food Science & Technology, Gorgan University of Agricultural Sciences and Natural Resources, Gorgan, Iran
- 5- Ph. D. Student, Faculty of Food Science & Technology, Gorgan University of Agricultural Sciences and Natural Resources, Gorgan, Iran

### Abstract

Olive leaf is one of the richest sources of phenolic compounds with antioxidant properties. Use of these compounds as food and pharmaceutical ingredients face challenges like protecting them during storage and food processing. In this study, bioactive compounds of olive leaf aqueous extract were encapsulated into a sucrose matrix using co-crystallization process. The co-crystallized powders were characterized in terms of their morphology, thermal behavior, chemical structure and also polyphenols and antioxidant activity retention rate, under various storage conditions such as light, moisture and temperature for period of 4 months. DSC thermograms for all samples, indicated the peaks around 190 °C typical of sucrose melting behavior. FT-IR analysis for all samples showed typical bands of sucrose molecule. At the end of storage time, co-crystallized products containing 10% extract which were stored at dark condition, showed the highest preservation rate of polyphenols around 92% and antioxidant activity around 77.35%. A significant decrease ( $P<0.05$ ) was observed in preservation rate of polyphenols and antioxidant activity for powders stored in artificial light and RH=75% conditions compared to storage at dark and 4 °C conditions.

**Keywords:** Antioxidant activity, Co-crystallized powders, Morphology, Phenolic compounds, Thermal behavior